

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 3622211 A1**

②1 Aktenzeichen: P 36 22 211.9
②2 Anmeldetag: 2. 7. 86
④3 Offenlegungstag: 8. 1. 87

⑤1 Int. Cl. 4:
G02B 6/44
C 08 L 71/02
C 08 K 3/34
C 08 K 3/22

DE 3622211 A1

③0 Innere Priorität: ③2 ③3 ③1
05.07.85 DE 35 24 181.0

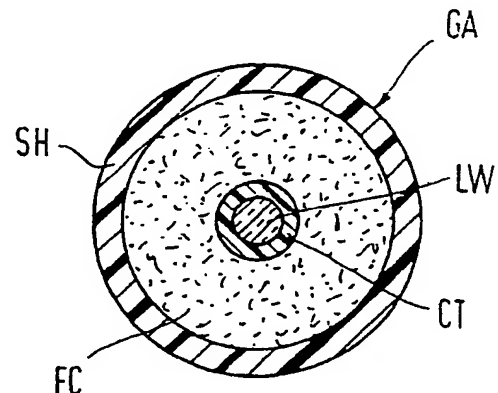
⑦1 Anmelder:
Siemens AG, 1000 Berlin und 8000 München, DE

⑦2 Erfinder:

Götze, Werner, 1000 Berlin, DE; Mayr, Ernst, 8130
Starnberg, DE; Oestreich, Ulrich; Saller, Helmut,
8000 München, DE

⑤4 Füllmasse für Lichtwellenleiteradern und/oder Lichtwellenleiterkabel

Die Füllmasse (FC) für Lichtwellenleiteradern und/oder Lichtwellenleiterkabel (Seelenfüllmasse FCS) enthält zwischen 50 und 99 Gewichtsprozent Polypropylenglykol, dem als Thixotropierungsmittel zwischen 50 und 1 Gewichtsprozent feinverteiltes Siliziumdioxid zugesetzt sind.



DE 3622211 A1

Patentansprüche

1. Füllmasse für Lichtwellenleiteradern und/oder Lichtwellenleiterkabel mit Zusatz eines Thixotropierungsmittels, dadurch gekennzeichnet, daß die Füllmasse (FC, FCS) zwischen 50 und 99 Gewichtsprozent Polypropylenglykol enthält, dem als Thixotropierungsmittel zwischen 50 und 1 Gewichtsprozent hochdisperses Siliziumdioxid zugesetzt sind.
2. Füllmasse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein mittelmolekulares Polypropylenglykol, insbesondere mit einem Molgewicht zwischen 2600 und 3500, verwendet ist.
3. Füllmasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Beschichtung (CT) des Lichtwellenleiters (LW) ein PUR-Akrylat verwendet ist.
4. Füllmasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein hydrophobisiertes Siliziumoxid verwendet ist.
5. Füllmasse nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein hydrophiles Siliziumdioxid verwendet ist.
6. Füllmasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß bei Verwendung als Aderfüllmasse (FC) zwischen 99 und 96 Gewichtsprozent Polypropylenglykol und zwischen 1 und 4 Gewichtsprozent Siliziumdioxid verwendet sind.
7. Füllmasse nach einem der Ansprüche 1—5, dadurch gekennzeichnet, daß bei Verwendung als Seelenfüllmasse (FCS) zwischen 92 und 50 Gewichtsprozent Polypropylenglykol und zwischen 8 und 50 Gewichtsprozent Siliziumdioxid verwendet sind.
8. Füllmasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Siliziumdioxid ganz oder teilweise durch Aluminiumoxid oder Aluminiumhydroxid ersetzt ist.
9. Füllmasse nach einem der Ansprüche 1—7, dadurch gekennzeichnet, daß das Siliziumdioxid ganz oder teilweise durch eine halogenhaltige organische Verbindung ersetzt ist.
10. Füllmasse nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß eine bromhaltige Verbindung, insbesondere Dibromdiphenyläther ggf. zusammen mit Antimontrioxid, verwendet ist.
11. Füllmasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Füllmasse geringe Zusätze von Antioxidantien, insbesondere zwischen 0,1 und 1 Gewichtsprozent aufweist.
12. Füllmasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Größe der Agglomerate des feinverteilten Siliziumdioxids unter 10 µm gewählt ist.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Füllmasse für Lichtwellenleiteradern und/oder Lichtwellenleiterkabel mit Zusatz eines Thixotropierungsmittels.

Aus der US-PS 43 31 379 ist eine Füllmasse für Lichtwellenleiterkabel bekannt, bei der thixotrope Öle eingesetzt werden. An Füllmassen für Lichtwellenleiter-Übertragungselemente werden Forderungen gestellt, die sich zum Teil widersprechen und in ihrer Gesamtheit bisher kaum ausreichend befriedigend erfüllt werden

konnten. Im einzelnen sollte eine derartige Füllmasse im wesentlichen folgende Eigenschaften aufweisen:

- a) Alterungsbeständigkeit in chemischer und physikalischer Hinsicht,
- b) Nichtaggressivität gegen kontaktierte Werkstoffe insbesondere gegenüber der Beschichtung des Lichtwellenleiters (Fasercoating)
- c) möglichst geringe Feuchteaufnahme
- d) Beibehaltung der Eigenschaften in einem weiten Temperaturbereich z. B. von -40°C bis $+70^{\circ}\text{C}$, wobei weder durch zu starke Erhöhung der Viskosität eine mechanische Beanspruchung der Lichtwellenleiter auftreten noch (bei höheren Temperaturen) ein Ausfließen (Austropfen) der Füllmasse eintreten soll
- e) Die Scherspannungs-, Schergeschwindigkeit-Kennlinie sollte ohne deutliches Gefälle ausgebildet sein, d. h. ohne allzu stark ausgeprägtes thixotropes Verhalten. Dies ist wichtig für gleichmäßiges seitliches Verlagern der Fasern bei relativen Längenänderungen zwischen der Hülle und der Faser
- f) Die Substanz soll den Aufbau von Zug- oder Druckkräften bei den Lichtwellenleiteradern möglichst weitgehend vermeiden, weil dadurch deren Dämpfung ansteigen würde
- g) Bei Raumtemperatur geringe Viskosität im unverarbeiteten Zustand, um das Fördern durch Rohre mit geringem Innendurchmesser und kleinem Überdruck zu ermöglichen
- h) Eine für Schichtdicken bis zu einigen Millimetern ausreichende Transparenz

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Füllmasse zu schaffen, welche die vorstehend genannten Anforderungen erfüllt und leicht zu verarbeiten ist. Gemäß der Erfindung wird diese Aufgabe bei einer Füllmasse der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß die Füllmasse zwischen 50 und 99 Gewichtsprozent Polypropylenglykol enthält, dem als Thixotropierungsmittel zwischen 50 und 1 Gewichtsprozent hochdisperses Siliziumdioxid zugesetzt sind.

- Bezüglich der vorstehend mit a), b) und c) bezeichneten Anforderungen ergibt der Einsatz von Polypropylenglykol einen erheblichen Fortschritt, weil dieses weitgehend hydrophob ist, kontaktierte Werkstoffe nicht angreift und eine hohe chemische und physikalische Alterungsbeständigkeit gewährleistet. Die erfindungsmäßig aufgebaute Füllmasse zeigt gegenüber den allgemein verwendeten Faserbeschichtungen (Fasercoating) aus Polyurethanakrylaten keinerlei Aggressivität. Derartige Beschichtungen aus PU-Akrylat werden deshalb bei Lichtwellenleitern besonders häufig verwendet, weil sie neben guten Schutzfunktionen eine optimale Auftragstechnik ermöglichen. Auch die Materialien der beschichteten Lichtwellenleiter umgebenden Schutzhüllen bzw. der Kabelmäntel werden nicht angegriffen.

Polypropylenglykol hat außerdem die Eigenschaft, daß es erst bei sehr niedrigen Temperaturen (etwa unter -60°C) zu Einfrieren und damit einem unerwünschten Verhärten neigt. Die Einhaltung der Bedingung d) wird auch durch die Zugabe feinverteilten (d. h. die Größe der Agglomerate liegt $< 10\mu\text{m}$) Siliziumdioxids als Thixotropierungsmittel unterstützt. Bei dieser speziellen Kombination, die bei $+70^{\circ}\text{C}$ in Minuten bis Stunden, bei $+20^{\circ}\text{C}$ in Tagen tropffest wird, ist die gute Fließfähigkeit durch geringes Scheren jederzeit wieder herstellbar. Je nach Erwärmung tritt schnell bis sehr schnell wieder Pseudoregulierung ein. Der Vorgang ist beliebig reversibel. Unvermeidbar folgt daraus aber auch eine fallende Scherspannungs-Schergeschwindigkeits-Kenn-

linie, die allerdings von einer niedrigen Grenzscherspannung ausgeht, also nur schwach fallend ist (Anforderung e).

Langsame, über die Länge gleichmäßig verlaufende Längenausgleichsvorgänge in der Lichtwellenleiterader sind nicht gefährlich, weil bei genügend langsamen Vorgängen kein Zusammenbruch der Viskosität sondern nur eine mäßige Verringerung derselben erfolgt (Anforderung f). Erst bei großen Schergeschwindigkeiten verschwindet die Viskosität bis auf den Grenzwert des reinen Polypropylenglykols. Dieser Bereich ist aber für Vorgänge innerhalb von Lichtwellenleiterkabeln oder Lichtwellenleiteradern bedeutungslos.

Die erfindungsgemäße Füllmasse zeichnet sich auch durch eine besonders leichte Förderbarkeit (Anforderung g) und durch zeitlich verzögerte Re-Gelierung aus, so daß sie beispielsweise durch Röhren zwischen 0,5 und 5 mm Innendurchmesser gefördert werden kann und hierfür nur ein Überdruck von nur wenigen Bar benötigt wird. Polypropylenglykol ist eine niederviskose Flüssigkeit, was den Füllvorgang erleichtert. Das Arbeiten mit geringen Überdrücken hat den Vorteil, daß es bei der Füllung der Lichtwellenleiterader zu keinen unerwünschten mechanischen Beanspruchungen der Lichtwellenleiterfasern kommt.

Die Transparenz der Mischung ist ausgezeichnet (Anforderung h). Es ist in diesem Zusammenhang vorteilhaft, ein mittelmolekulares Polypropylenglykol zu verwenden, wobei insbesondere Molgewichte zwischen 2000 und 3500 vorteilhaft sind. Mittelmolekulares Polypropylenglykol hat nämlich die Eigenschaft, daß es eine Glasübergangstemperatur von -40°C besitzt und außerdem seine Verdunstungsrate geringer als die der Paraffinöle ist.

Es ist zweckmäßig, eine durch Silanisierung hydrophobisiertes Siliziumdioxid der Füllmasse zuzusetzen und zwar deswegen, weil durch deren Eigenschaft die Feuchtigkeitsaufnahme möglichst gering gehalten werden kann. Normales Siliziumdioxid ist hydrophil; erst zusätzliche Maßnahmen ergeben eine Hydrophobisierung.

Um einen eventuellen ungünstigen Einfluß von Sauerstoff (insbesondere Luftsauerstoff) auf das in der Substanz enthaltene Polypropylenglykol und/oder das Verdickungsmittel vorzubeugen, kann zusätzlich ein Antioxidans zugefügt werden. Als Antioxidantien, die sich in Polypropylenglykol gut lösen, sind beispielsweise folgende Substanzen zu nennen:

- polymeres 2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydrochinolin
- Phenothiazin
- adeyl 3-(3,5-di-tert.buthyl-4-hydroxyphenyl)-propionat
- Hydrochinon-monomethylether

Benötigt werden hiervon 0.1 bis 0.5 Gewichtsprozent.

Eine Abwandlung der Erfindung sieht vor, daß das feinverteilte Siliziumdioxid ganz oder teilweise durch gleiche Gewichtsprozent von Aluminiumoxid oder Aluminiumhydroxid ersetzt wird. Derartige Füllmassen haben den zusätzlichen Vorteil, daß sie feuerhemmend sind, was bei bestimmten Anwendungsgebieten optischer Kabel von großer Bedeutung sein kann.

Eine andere Abwandlung einer erfindungsgemäßen Füllmasse sieht vor, daß das Siliziumdioxid ganz oder teilweise durch halogenhaltige organische Verbindungen ersetzt wird. Eine derartige Füllmasse hat den Vorteil, daß bei Beibehaltung der Feuchtestabilität eine hohe Flammenwidrigkeit erreicht werden kann. Bevorzugt sind bromhaltige Verbindungen einsetzbar, insbesondere Dekabromdiphenyläther (letztere ggf. in Verbindung

mit Antimontrioxid).

In beiden Fällen bleiben die vorteilhaften Eigenschaften, welche die Füllmasse durch den Zusatz des Polypropylenglykols erhält, weitgehend unverändert, wobei lediglich die thixotropierenden Eigenschaften entsprechend reduziert werden.

Nachfolgend sind vorteilhafte Ausführungsbeispiele für die Zusammensetzung der erfindungsgemäßen Füllmasse angegeben:

Beispiel 1

Es wird eine Aderfüllmasse (vgl. FC in Fig. 1 hergestellt, die folgende Bestandteile enthält:

| Komponente | Gewichtsteile |
|----------------------------|---------------|
| Polypropylenglykol | 97,1 |
| hydrophiles Siliziumdioxid | 2,5 |
| Antioxidantien | 0,4 |

Die Masse wird in einer Kugelmühle bei 80°C gut vermischt. Sobald eine einheitliche Mischung erzielt ist, wird die Masse aus der Mühle genommen, auf Raumtemperatur abgekühlt und entlüftet.

Beispiel 2

Nach der Arbeitsweise von Beispiel 1 wird eine Aderfüllmasse hergestellt, welche folgende Bestandteile enthält:

| Komponente | Gewichtsteile |
|----------------------------|---------------|
| Polypropylenglykol | 96,1 |
| hydrophiles Siliziumdioxid | 2,0 |
| hydrophobes Siliziumdioxid | 1,5 |
| Antioxidantien | 0,4 |

Beispiel 3

Es wird eine Seelenfüllmasse (vgl. FCS in Fig. 2) hergestellt, welche folgende Bestandteile enthält:

| Komponente | Gewichtsteile |
|----------------------------|---------------|
| Polypropylenglykol | 91,6 |
| hydrophobes Siliziumdioxid | 8 |
| Antioxidantien | 0,4 |

Als feinverteiltes (hydrophiles) Siliziumdioxid kann bevorzugt die unter dem Handelsnamen "Aerosil 380" der (Fa. Degussa) bekannte Substanz verwendet werden, als hydrophobes Siliziumdioxid "HDK 20" der Fa. Wacker Chemie und als Polypropylenglykol das "B01/300" der Fa. Hoechst. Als Antioxidans kann die unter dem Handelsnamen "Irganox 1076" (Fa. Ciba Geigy) bekannte Substanz zugegeben werden.

Beispiel 4

Es wird eine Seelenfüllmasse hergestellt, welche folgende Bestandteile enthält:

| Komponente | Gewichtsteile |
|-------------------------|---------------|
| Polypropylenglykol | 74,6 |
| basisches Aluminiumoxid | 25,0 |
| Antioxidantien | 0,4 |

Beispiel 5

Es wird eine Seelenfüllmasse hergestellt, welche folgende Bestandteile enthält:

| Komponente | Gewichtsteile | 5 |
|----------------------------|---------------|----|
| Polypropylenglykol | 74,6 | |
| Al(OH) ₃ | 15% | |
| hydrophobes Siliziumdioxid | 10% | |
| Antioxidantien | 0,4 | 10 |

Die Füllmassen nach Beispiel 4 und 5 sind feuerhemmend, wobei die Masse nach Beispiel 4 weicher ist als die von Beispiel 5.

In Fig. 1 ist eine gefüllte Lichtwellenleiterader *GA* im Querschnitt dargestellt. Sie enthält mindestens einen Lichtwellenleiter *LW*, der mit einer Beschichtung (Coating) *CT* versehen ist. An diese schließt sich die Füllmasse *FC* an, welche die vorstehend im einzelnen beschriebene Zusammensetzung hat (Aderfüllmasse). Außen ist eine Schutzhülle *SH* vorgesehen, welche aus einem extrudierten Kunststoff besteht. Die Füllmasse *FC* soll einerseits ausreichend weich sein, um beim Biegen eine mechanische Beanspruchung der Lichtwellenleiterfaser *LW* zu vermeiden und andererseits so stabil, daß ein Ausfließen oder Austropfen auch bei höheren Temperaturen unterbleibt. Als Aderfüllmasse weist die Füllmasse *FC* zweckmäßig zwischen 1 und 4 Gewichtsprozent feinverteiltes Siliziumdioxid und zwischen 99 und 96 Gewichtsprozent Polypropylenglykol auf.

In Fig. 2 sind drei Lichtwellenleiteradern *GA1*, *GA2* und *GA3* (mit dem in Fig. 1 beschriebenen Aufbau) im Inneren eines Kabelmantels *CS* angeordnet. Die Seelenfüllmasse *FCS* dieser Anordnung liegt zwischen den Außenflächen der Schutzhüllen *SH* der Lichtwellenleiteradern *GA1*, *GA2*, *GA3* und der Innenfläche des Kabelmantels *CS*.

Als Seelenfüllmasse *FCS* werden zweckmäßig zwischen 92 und 50 Gewichtsprozent Polypropylenglykol und zwischen 8 und 50 Gewichtsprozent feinverteiltes Siliziumdioxid vorgesehen.

Die Seelenfüllmassen *FCS* sind stets etwas zäher zu wählen als die Aderfüllmassen *FC*, welche mit ihren Eigenschaften direkt (über das Fasercoating *CT*) auf den Lichtwellenleiter *LW* Einfluß nehmen können.

Da hochdispersives Siliziumdioxid Raumnetze aus reinem SiO₂ bildet, an deren äußeren Enden (sehr wenig) H₂O angelagert sein kann, wird hierfür oft auch der Ausdruck "Kieselsäure" verwendet (vgl. RÖMPPS "Chemie Lexikon" 7. Auflage, 1973, Seite 66).

55

60

65

- Leerseite -

This Page Blank (uspto)

FIG 1

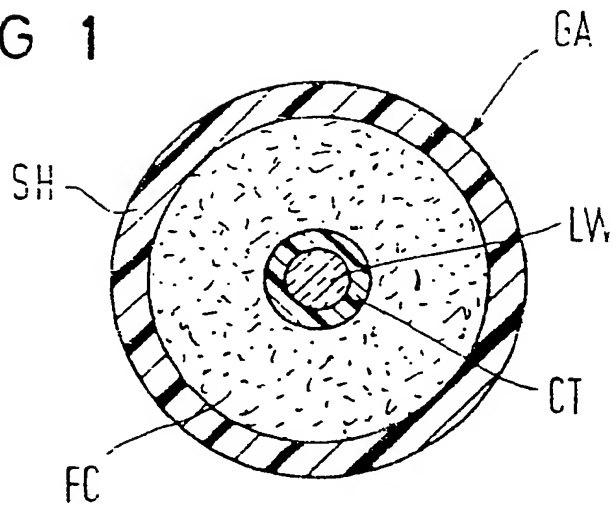
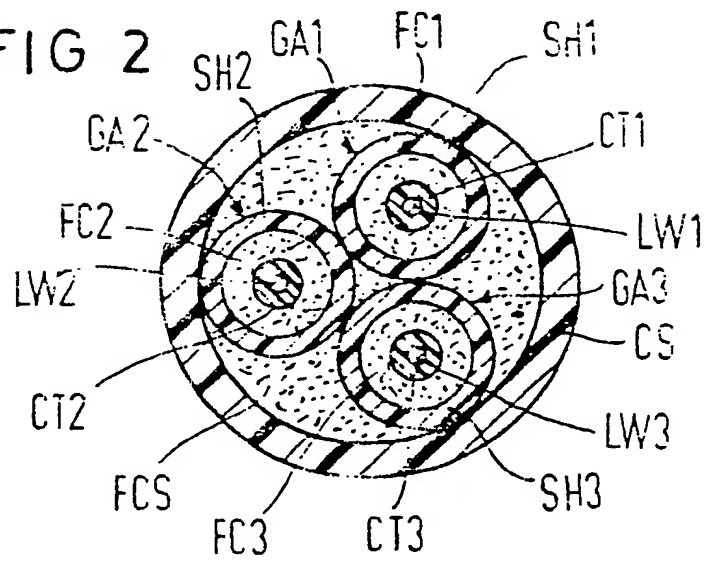


FIG 2



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

This Page Blank (uspto)